

国家市场监督管理总局
保健食品产品技术要求

国食健注G20210188

冬梅果®黄芪黄精片

- 【原料】 黄芪、葛根、黄精、知母、陈皮
- 【辅料】 微晶纤维素、玉米淀粉、羧甲淀粉钠、胃溶型薄膜包衣预混剂（二氧化钛、赤藓红铝色淀、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素）、硬脂酸镁
- 【生产工艺】 本品经提取（黄芪、葛根、黄精、知母、陈皮，水煎煮2次，分别10倍量2h、8倍量1h）、过滤、浓缩、减压干燥（65~70℃，-0.07~-0.08MPa）、粉碎、过筛、混合、制粒、干燥、压片、包衣、包装等主要工艺加工制成。
- 【直接接触产品包装材料种类、名称及标准】 聚氯乙烯固体药用硬片应符合YBB00212002的规定，药品包装用铝箔应符合YBB00152002的规定。
- 【感官要求】 应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标
色泽	包衣呈粉红色，片芯呈黄棕色至棕色，色泽均匀
滋味、气味	具本品特有的滋味、气味，无异味
性状	薄膜包衣片，外观完整，光洁，有适宜的硬度
杂质	无正常视力可见外来异物

【鉴别】 无

【理化指标】 应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检测方法
水分，%	≤9.0	GB 5009.3
灰分，%	≤6.0	GB 5009.4
崩解时限，min	≤60	《中华人民共和国药典》
铅（以Pb计），mg/kg	≤2.0	GB 5009.12
总砷(以As计)，mg/kg	≤1.0	GB 5009.11

总汞(以Hg计), mg/kg	≤0.3	GB 5009.17
六六六, mg/kg	≤0.3	GB/T 5009.19
滴滴涕, mg/kg	≤0.2	GB/T 5009.19

【微生物指标】应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检测方法
菌落总数, CFU/g	≤30000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/g	≤0.92	GB 4789.3 “MPN计数法”
霉菌和酵母, CFU/g	≤50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌	0/25g	GB 4789.10
沙门氏菌	0/25g	GB 4789.4

【标志性成分含量测定】应符合表4的规定。

表4 标志性成分含量测定

项 目	指 标	检测方法
黄芪甲苷, mg/100g	≥20.5	1 黄芪甲苷的测定
粗多糖（以葡萄糖计）, g/100g	≥1.3	2 粗多糖的测定

1 黄芪甲苷的测定

1.1 仪器

- 1.1.1 高效液相色谱仪、紫外检测器。
- 1.1.2 水浴锅。
- 1.1.3 带冷凝管的提取回流装置（150mL）。
- 1.1.4 C₁₈预处理小柱。

1.2 试剂

- 1.2.1 黄芪甲苷对照品（含量测定用）：中国药品生物制品检定所。准确称取黄芪甲苷对照品8.0mg，用甲醇溶解并定容于20mL量瓶中，再用甲醇稀释成80μg/mL、160μg/mL、240μg/mL、320μg/mL、400μg/mL溶液。
- 1.2.2 甲醇：分析纯、色谱纯。
- 1.2.3 乙腈：色谱纯。
- 1.2.4 乙醚：分析纯。
- 1.2.5 正丁醇：分析纯。
- 1.2.6 氨水：分析纯。按照《中华人民共和国药典》配制氨试液：浓氨水400mL加水至1000mL。
- 1.2.7 水：双蒸水。

1.3 测定步骤

- 1.3.1 样品处理：取20片试样研磨混匀，称取一定量（准确至0.001g，约5g）置冷凝回流装置中，用甲醇50mL×3h、30mL×2h、20mL×1h提取3次，合并甲醇液并回收甲醇至干，残渣加水20mL微热使溶解，先用乙醚洗涤2次，每次20mL，弃醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取5次，每次25mL，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤3次，每次40mL，弃氨液，将正丁醇液回收溶剂至干，残渣加水5mL使溶解，通过预处理好的C₁₈小柱（先用5mL甲醇、5mL水预洗），以水3mL洗脱，弃去水液，再用80%甲醇10mL洗脱，收集洗脱液蒸干，用甲醇溶解，并转移至3-5mL量瓶中（根据含量而定），用甲醇稀释至刻度，摇匀，此为供试品溶

液。

1.3.2 色谱条件

1.3.2.1 色谱柱: Kromasil C₁₈, 5μm, 250mm×4.6mm。

1.3.2.2 流动相: 乙腈+水 (1+2, V/V)。

1.3.2.3 检测波长: 200nm。

1.3.2.4 流速: 1.0mL/min。

1.3.2.5 进样量: 10~20μL。

1.3.3 标准及样品测定: 分别取样品液和各标准液10μL, 注入高效液相色谱仪中, 记录相应的峰面积, 以标准液的浓度和峰面积值作图, 并由样品液的峰面积计算出样品中被测物的含量。

1.4 结果计算

$$X = \frac{c \times V \times 100}{m \times 1000}$$

式中:

X——样品中黄芪甲苷的含量, mg/100g (mL);

c——从标准曲线查得样液中黄芪甲苷的质量, μg;

V——样品定容体积, mL;

m——样品质量, g;

1000——μg换算成mg的换算系数。

2 粗多糖的测定

2.1 原理多糖经乙醇沉淀分离后, 与苯酚-硫酸作用成橙红色化合物, 其呈色强度与溶液中糖的浓度成正比, 在485nm波长下比色定量。

2.2 试剂

所用试剂为分析纯级, 所用水为双蒸水。

2.2.1 无水乙醇。

2.2.2 80% (v/v) 乙醇溶液。

2.2.3 葡萄糖标准溶液: 精密称取干燥至恒重的分析纯葡萄糖0.5000g加水溶解, 并定容至50mL, 此溶液1mL含10mg葡萄糖, 用前稀释100倍为使用液 (0.1mg/mL)。

2.2.4 5%苯酚溶液: 称取5.0g苯酚, 加水溶解并稀释至100mL, 混匀, 得5%苯酚溶液。

2.2.5 浓硫酸 (比重1.84)。

2.3 仪器

2.3.1 分光光度计。

2.3.2 分析天平。

2.3.3 离心机 (4000r/min)。

2.3.4 离心管: 50mL或具塞15mL。

2.3.5 旋涡混合器。

2.3.6 水浴锅。

2.4 测定步骤

2.4.1 样品提取: 称取固体样品1.0~2.0g置于100mL容量瓶中, 加水约80mL, 于沸水浴加热1h, 取出, 冷却至室温后补加水至刻度 (V₁), 混匀后过滤, 弃去初滤液, 收集余下滤液供沉淀粗多糖。

2.4.2 沉淀粗多糖: 准确吸取上滤液5.0mL (V₂), 置于50mL离心管中, 加入无水乙醇20mL, 混匀, 于4℃冰箱静置4h以上, 以4000r/min离心5min, 弃去上清液。残渣用80% (V/V) 乙醇溶液数毫升洗涤, 离心后弃上清液, 反复操作3次。残渣用水溶解并定容至10~25mL (V₃)。

2.4.3 标准曲线的绘制: 准确吸取葡萄糖标准使用液0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80mL、1.00mL, 分别置于25mL比色管中, 补加水至2.0mL, 加入5%苯酚溶液1.0mL, 在旋涡混合器上混匀, 小心加入浓硫酸10mL, 在旋涡混合器上小心混匀, 置沸水浴中2min, 冷却至室温, 用分光光度计在485nm波长处以试剂空白溶液为参比, 1cm比色皿测定吸光度值。以葡萄糖质量为横坐标, 吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线。

2.4.4 样品测定: 准确吸取上液适量 (V₄) 置于25mL比色管中, 以下同标准曲线操作方法。测定吸光度值。从标准曲线上查出葡萄糖含量, 计算样品中粗多糖含量。

2.4.5 结果计算

$$m_1 \times V_1 \times V_3$$

$$X = \frac{\text{---}}{m_2 \times V_2 \times V_4} \times 0.9 \times 100$$

式中：

X—样品中粗多糖含量，mg/100g；

m₁—样品测定液中葡萄糖的质量，mg；

m₂—样品质量，g；

V₁—样品提取液总体积，mL；

V₂—沉淀粗多糖所用样品提取液体积，mL；

V₃—粗多糖溶液体积，mL；

V₄—测定用样品液体积，mL；

0.9—葡萄糖换算为粗多糖的系数。

【装量或重量差异指标/净含量及允许负偏差指标】 应符合《中华人民共和国药典》中“制剂通则”项下“片剂”的规定。

【原辅料质量要求】

1. 黄芪：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
2. 葛根：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
3. 黄精：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
4. 知母：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
5. 陈皮：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
6. 微晶纤维素：应符合GB 1886.103《食品安全国家标准 食品添加剂 微晶纤维素》的规定。
7. 玉米淀粉：应符合GB/T 8885《食用玉米淀粉》的规定。
8. 羧甲淀粉钠：应符合《中华人民共和国药典》的规定。
9. 胃溶型薄膜包衣预混剂（二氧化钛、赤藓红铝色淀、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素）

项 目	指 标
来源	二氧化钛、赤藓红铝色淀、滑石粉、聚乙二醇6000、羟丙甲纤维素
制法	经配料、干燥（水分≤5.0%）、振磨、粉碎、振筛（50目）、总混（60min）、包装等主要工艺制成
感官要求	均匀干燥的粉末
外观均匀性	应呈现均匀的色泽，无花纹与色斑
粒度	三号筛通过比例不得少于99%
酸碱度（pH值）	4.0-8.0
粘度，mPa·s	≤70
水分，%	≤8.0
炽灼残渣，%	≤45
铅（以Pb计）	不得过百万分之二十
总砷（以As计），%	≤0.0008
细菌总数，CFU/g	≤1000
大肠菌群，MPN/g	≤0.92
霉菌和酵母，CFU/g	≤100
沙门氏菌	≤0/25g
金黄色葡萄球菌	≤0/25g

10. 硬脂酸镁：应符合GB 1886.91《食品安全国家标准食品添加剂 硬脂酸镁》的规定。